

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 62-151551

(43)Date of publication of application : 06.07.1987

---

(51)Int.Cl. C22F 1/18  
B21B 3/00

---

(21)Application number : 60-290934

(71)Applicant : NIPPON MINING CO LTD  
NIPPON KOKAN KK <NNK>

(22)Date of filing : 25.12.1985

(72)Inventor : TAKATORI HIDEO  
SAKUYAMA HIDEO  
OUCHI CHIAKI  
SUENAGA HIROYOSHI

---

## (54) MANUFACTURE OF COLD WORKED TITANIUM ALLOY MATERIAL

### (57)Abstract:

PURPOSE: To extend the usefulness of a cold worked titanium alloy material by properly combining the soln. heat treatment of a Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al titanium alloy with the cold working rate so as to improve the mechanical properties.

CONSTITUTION: The composition of a titanium alloy is composed of, by weight, 14W16% V, 2.5W3.5% Cr, 2.5W3.5% Sn, 2.5W3.5% Al and the balance Ti with inevitable impurities. The alloy is subjected to soln. heat treatment by holding at 830W1,150° C for 3minW5hr and cooling at ≥18° C/min cooling rate. The alloy is then cold worked at ≥50% cold working rate.

---

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office



⑨ 日本国特許庁 (JP) ⑩ 特許出願公開  
 ⑫ 公開特許公報 (A) 昭62-151551

⑤Int.Cl.  
C 22 F 1/18  
B 21 B 3/00

識別記号 庁内整理番号  
H-6793-4K  
7516-4E

⑪公開 昭和62年(1987)7月6日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑬発明の名称 チタン合金冷間加工材の製造方法

⑭特 願 昭60-290934

⑮出 願 昭60(1985)12月25日

⑯發明者 高取 英男	神奈川県高座郡寒川町倉見3番地 日本鉱業株式会社倉見工場内
⑯發明者 作山 秀夫	神奈川県高座郡寒川町倉見3番地 日本鉱業株式会社倉見工場内
⑯發明者 大内 千秋	横浜市緑区たちはな台1-15-8
⑯發明者 末永 博義	横浜市保土ヶ谷区常盤台51 日本鋼管社宅333号
⑰出願人 日本鉱業株式会社	東京都港区虎ノ門2丁目10番1号
⑰出願人 日本鋼管株式会社	東京都千代田区丸の内1丁目1番2号
⑰代理人 弁理士 倉内 基弘	外1名

### 明細書

1 発明の名称 チタン合金冷間加工材の製造方法

### 2 特許請求の範囲

1) V 1.4~1.6wt%、Cr 2.5~3.5wt%、  
Sn 2.5~3.5wt%、Al 2.5~3.5wt%  
そして残部Ti 及び不可避的不純物から成るチ  
タン合金冷間加工材の製造方法において、冷間  
加工前に830°Cを超過且つ1150°C以下の  
温度に3分~5時間保持しそして18°C/分以  
上の冷却速度で冷却することによつて溶体化処  
理を行い、その後冷間加工度50%以上で冷間  
加工を実施することを特徴とするチタン合金冷  
間加工材の製造方法。

2) チタン合金材の酸素含有量が0.3wt%以下  
である特許請求の範囲第1項記載の方法。

### 3 発明の詳細な説明

#### 酸素上の利用分野

本発明は、 $\alpha + \beta$ 型チタン合金である Ti-15V-3Cr-

33n-3Al 合金の冷間加工材の製造方法に関するものであり、冷間加工前溶体化処理(軟化焼鈍)を従来より高い特定の温度域で行いしかもこれに所定水準以上の冷間加工度の下での冷間加工を行うことを特徴とするものである。本発明により製造された冷間加工材から、その後の溶体化処理に際してプレス加工等に好適な微細な結晶粒を持つ溶体化処理材が生成され、また溶体化時効処理に際しては従来より高い強度を示す溶体化時効処理材が生成される。

#### 発明の背景

チタン及びチタン合金はその優れた比強度、耐食性及び耐熱性を保有しているために、宇宙航空機材料、各細化学プラント、海水淡水化装置等広範な用途に利用されている。

チタン合金としては従来 Ti-6Al-4V 等に代表される  $\alpha + \beta$ 型合金が広く用いられてきたが、 $\alpha + \beta$ 型合金は成形性に乏しく、加工の多くを切削に頼るため最終製品に至るまでの歩留りが非常に低いという欠点を有している。そこで、

$\alpha + \beta$  型合金に比較して冷間加工性に優れしかも高強度が得られることから  $\beta$  型チタン合金の Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al の利用が近年拡がりつつある。

尚、本明細書において Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al チタン合金とは次の組成範囲にあるものを包括する。

V : 14~16 wt%

Cr : 2.5~3.5 wt%

Sn : 2.5~3.5 wt%

Al : 2.5~3.5 wt%

残部 Ti 及び不可避的不純物

$\beta$  型チタン合金は厳密に言えは準安定  $\beta$  型合金であり、 $\beta$  相からの急冷によって常温でも  $\beta$  単一相となり、時効硬化性をもつ。

#### 従来技術と問題点

Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al 合金の冷間加工材は、従来、冷間加工前に  $\beta$  相単相として加工性を良くする為に、 $\beta$  変態点 (730~750°C) 以上の、780~830°C の範囲内の温度で 3~

従つて、微細結晶組織を有する上記溶体化処理材或いは溶体化時効処理材を製造する技術が確立しうるなら、それらからの最終製品の品質も向上する。

#### 発明の概要

上記状況に鑑み、本発明は、Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al 合金の冷間加工材から得られる溶体化処理材或いは溶体化時効処理材の結晶組織の微細化を図ることを目的とする。

本発明者等は、上述した冷間加工前溶体化処理 - 冷間加工 (冷間加工材) - 溶体化処理 (溶体化処理材) - (冷間成形加工) - 時効 (溶体化時効処理材) という工程を総合的に検討し、これら処理工程と結晶粒組織との関係について研究を進めた。冷間加工後の溶体化処理による再結晶粒の粒径を支配するのは、冷間加工前溶体化処理条件と冷間加工条件であり、两者間に次のような相関性が見出された。冷間加工前の溶体化処理を従来のように 780~830°C で行つたものと、それよりももつと高温で行つたものとでは冷間加工度と

特開昭62-151551(2)  
60 分間冷間加工前溶体化処理 (軟化焼純) を施し、その後空冷以上の冷却速度で室温まで冷却されていた。この処理により、材料は、変形抵抗を上げそして延性を低下させる  $\alpha$  相を含まない状態となり、冷間加工性に富んだ状態となる。こうした軟化状態を得るに充分の温度として上記 780~830°C の冷間加工前溶体化温度が採用されていたのである。この後、冷間加工によつて冷間加工材が製造される。

冷間加工材は、その後、用途に応じて溶体化処理を施されて溶体化処理材或いは溶体化時効処理を施されて溶体化時効処理材に成る。

しかしながら、従来からの溶体化処理材或いは溶体化時効処理材はいまだ、充分に満足しうる機械的性質を具備しているとは云い難い。例えば、溶体化処理材のプレス加工時に良質の肌が得られないことが多々あり、また溶体化時効処理材も一段の強度向上が望まれる。これは、結局、溶体化処理材及び溶体化時効処理材の  $\beta$  結晶粒径が充分に微細でないことが基本的原因である。

前述して興った挙動が見られる。即ち冷間加工前の結晶粒径は高温溶体化したものの方が従来の低温溶体化したものより大きく、ある臨界冷間加工度以下では、冷間加工 - 再結晶材の粒径について上記関係は維持されるが、臨界冷間加工度以上になると、この関係は逆転し、高温溶体化したものの方の冷間加工 - 再結晶材の結晶粒径は従来の低温溶体化したものの方の冷間加工 - 再結晶材の結晶粒径より小さくなる。このユニークな現象をうまく利用することによつて冷間加工後の溶体化或いは溶体化時効処理材の結晶微細化を実現することが可能となる。

このように、冷間加工前の溶体化処理の役割をただ単に材料を軟化させるという従来からの考え方から一步進め、冷間加工度との適切な組合せにより、冷間加工後溶体化処理を行つた溶体化処理材の結晶粒径を微細にし、更に時効処理を施した溶体化時効処理材の強度を向上させる機能をもつものとしてとらえることが本発明の基本思想である。

本発明の必須構成要件は、次の通りである：

特開昭62-151551(3)

(i) 冷間加工前溶体化処理を従来より高温の 830 °C を越え 1150 °C までの温度において、 $\alpha$  相を消滅しそして材料内部が無亜み状態となるに充分保持し（3分～5時間）、その効果を保持するに充分の冷却速度（18 °C / 分以上）で冷却することによつて行うこと、及び  
(ii) 冷間加工を冷間加工度 50 % 以上で実施すること。尚、冷間加工度とは、冷間加工における相当ひずみの量と定義される。

斯くして、本発明は、

V 1.4～1.6 wt%、Cr 2.5～3.5 wt%、Si 2.5～3.5 wt%、Al 2.5～3.5 wt% そして残部 Ti 及び不可避的不純物から成るチタン合金冷間加工材の製造方法において、冷間加工前に 830 °C を超え且つ 1150 °C 以下の温度に 3分～5時間保持しそして 18 °C / 分以上の冷却速度で冷却することによつて溶体化処理を行い、その後冷間加工度 50 % 以上で冷間加工を実施することを特徴とするチタン合金冷間加工材の製造方法を提供する。

発明の具体的説明

本発明が與与するのは、圧延工程の最終段階を構成する溶体化処理 - 冷間圧延と最終熱処理工程としての再溶体化処理及び時効処理であり、その歴史は本発明においては一切問わない。

最近、良質のチタン合金材の製造の為インゴットブレイクダウン工程及び圧延工程において様々の改善案が提唱されており（例えば特願昭60-43843、60-43844 等多數）、それらのいずれをも本発明と併用しうる。

本発明では、従来より高い 830 °C を超え 1150 °C 以下の温度域から選択される溶体化温度において 3分～5時間保持することによつて冷間加工前の溶体化が実施される。

この溶体化処理により、素材の粒径は粗大化するが、従来の低い温度での処理により溶体化したものと較べると、結晶粒内は一層無亜み状態となつてゐる。このため、これに就く冷間圧延により亜みが入りやすい状態となつてゐる。

こうした状態を実現するには 830 °C を超える充分に高い温度が必要である。温度に 1150 °C

本発明の対象とするチタン合金材は、Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al であり、これは最初に定義した組成範囲をとる。また、酸素は 0.3 wt% 以下とすることが好ましい。この酸素を 0.3 wt% 以下含有するとチタン合金材の強度が増加する。ただし 0.3 wt% を超えると延性の低下を招き好ましくない。

チタン合金冷間圧延板を例にとつて本発明方法を説明する。チタン合金製品は、一般に、鋳造されたインゴットを、その鋳造組織を破壊すると共に、その後の工程に通じた中間素材を生成するためのインゴットブレイクダウン工程を出発工程とする。インゴットブレイクダウンは、インゴットを分塊圧延或いは鍛造することにより実施される。次いで、生成するスラブ材は熱間圧延工程を経由し、最終寸法に仕上げる冷間圧延を最後に行うことが多く、その際溶体化処理が冷間圧延前に施される。圧延工程後の材料は、最終的に、製品の用途に応じて、溶体化処理（即ち再溶体化処理）及び時効処理等の熱処理工程を経て最終製品となる。

という上限を設けたのは、本合金では、結晶粒の粗大化は材料の脆化を引起し、冷間加工で割れを生ずるためである。

保持時間は、温度に依存して $\alpha$  相が消滅し、更に材料内部が無亜みの状態となるに必要な時間として決定される。上記温度範囲において 3 分間以上が必要である。保持時間が長すぎる場合は結晶粒が粗大化し、材料の脆化を招くので保持時間の上限を 5 時間とした。

こうして、高温に充分保持された材料は、18 °C / 分以上の冷却速度で冷却される。冷却速度が 18 °C / 分未満の場合には、冷却中に $\alpha$  相の析出が開始されやすく、上述の溶体化の効果が失われる。溶体化後 300 °C までの冷却速度を 18 °C / 分以上とする必要がある。

本発明の重要な構成要素の一つは冷間加工度即ちここでは冷間圧延率である。本合金では、本発明に従う高温溶体化処理したものと従来からの低温溶体化処理したものでは、冷間圧延率の、冷間圧延後再溶体化した後の再結晶材の結晶粒径微細

化への影響の仕方が異なる。高温で溶体化したものは、低温で溶体化したものに較べて、冷間圧延・再結晶材の結晶粒径への冷間圧延率の影響が大きい。圧延前の結晶粒径は高温溶体化処理したものが当然に低温溶体化処理したものより大きい。ところが、一定の冷間圧延率以上をとると、この関係が逆転する。即ち、高温溶体化・冷間圧延・溶体化処理した再結晶材の結晶粒径は低温溶体化・冷間圧延・溶体化処理した再結晶材より小さくなる。本発明等はこの臨界冷間圧延率が50%であることを見出した。このため、本発明では冷間圧延率を50%以上とする。

以上の条件の下で溶体化処理及び冷間圧延を実施することにより本発明に従う冷間圧延板が製造される。

本発明に従う冷間圧延板は、その後、用途に応じて溶体化処理して溶体化処理材とするか、或いは溶体化時効処理して溶体化時効処理材とされる。溶体化処理材は微細な結晶粒を持つためプレス加工等の加工をした場合に良質な肌が得られる。溶

として用いた：

表1 供試材の化学成分 (wt%)

V	Cr	Sn	Al	Fe	C	N	O	H	Tl
15.2	32.2	3.02	3.45	0.19	0.01	0.007	0.144	0.015	残

これに、800°C (従来法)、900°C、950°C、1000°C及び1100°Cでそれぞれ30分加熱保持して溶体化を施し、その後空冷をした。この状態での材料の結晶粒径を表2に示す (結晶粒径はすべてLinear Intercept法により測定)。当然に、溶体化温度の高い程、結晶粒径は大きくなっている。

表2 冷間圧延前の溶体化処理後の結晶粒径

溶体化条件	800°C ×30分	900°C ×30分	950°C ×30分	1000°C ×30分	1100°C ×30分
結晶粒径(μm)	68	140	159	230	537

化時効処理材はその微細な結晶粒により従来材よりも高い強度を示す。

このように、本発明においては、高温溶体化と高い冷間加工率とが、その後の溶体化後の材料の結晶粒微細化を実現するに好適な状態を創出しているのである。

冷間圧延後の溶体化処理は、750~830°Cの温度に3~60分保持し、空冷以上の冷却速度による冷却を施すことによって実施される。時効処理は400~600°Cの温度で一般に行われる。

本発明においては、加工は圧延に限らず、冷間プレス、鍛造等のすべての塑性加工を対象とし、そのいずれにおいても優れた冷間加工品を提供するものである。

#### 発明の効果

TI-15V-3Cr-38n-3Al合金冷間加工品の機械的性質の改善を実現し、当該加工品の有用性を拡大した。

#### 実施例及び比較例

表1に示す化学成分を持つ冷間圧延板を供試材

これらをすべて、冷間圧延に供した。冷間圧延率は10% (比較例)、30% (比較例)、50%、70%及び90%の5段階を採用した。冷間圧延後、800°C×30分-空冷の溶体化処理を施した。表3は生成された結晶粒径を示す。

表3 冷間圧延+溶体化処理材の結晶粒径

冷間加工度	10%	30%	50%	70%	90%
冷間圧延前溶体化条件					
800°C×30分*	68	59	49	49	49
900°C×30分	127	72	56	46	47
950°C×30分	152	73	57	33	32
1000°C×30分	197	82	47	27	35
1100°C×30分	491	172	53	24	20

(すべてμm)

表3は次の事実を示している：

- 冷間加工前溶体化温度が高いもの程、結晶粒径の加工度 (圧延率) 依存性が高い。
- 加工度 (圧延率) 50%未満では冷間圧延前

溶体化温度の高いもの程、結晶粒径は大きいが、加工度50%以上では冷間圧延前溶体化温度が高いものの程逆に微細な結晶粒径が得られる。表3において50%加工度のものは境界条件にあるため、その前後のもの程明確な増減傾向を示さないが、結晶粒の粗大化が起つていない点で本発明に属するものとした。

上記のうち加工度を90%にとつた場合の溶体化処理材の機械的性質を表4に示す。

表4 加工度90%の溶体化処理材の機械的性質

冷間加工前溶体化条件	$\sigma_B$ (Kgf/mm <sup>-2</sup> )	$\sigma_{0.2}$ (Kgf/mm <sup>-2</sup> )	$\epsilon_f$ (%)
800°C×30分*	817	80.3	16.6
900°C×30分	82.4	79.5	14.7
950°C×30分	84.0	83.4	15.7
1000°C×30分	84.4	83.7	14.2
1100°C×30分	85.7	84.2	13.5

次に、更に510°C×8時間の時効を行つた溶体化時効処理材の機械的性質を示す。

表5 加工度90%材の溶体化時効処理材の機械的性質

冷間加工前溶体化条件	$\sigma_B$ (Kgf/mm <sup>-2</sup> )	$\sigma_{0.2}$ (Kgf/mm <sup>-2</sup> )	$\epsilon_f$ (%)
800°C×30分*	123.9	113.6	7.0
900°C×30分	120.9	112.3	8.0
950°C×30分	126.1	116.3	7.5
1000°C×30分	129.2	122.6	7.5
1100°C×30分	130.4	123.3	4.9

溶体化時効処理材では、冷間加工前溶体化温度が高いもの程、強度が上昇している。

代理人の氏名 倉内基弘  
  
 同 風間弘志  
